

EDICT OF GOVERNMENT

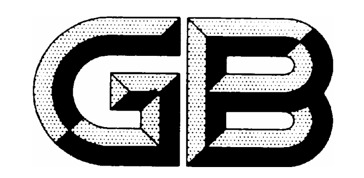
GB WTO 3321 (2012) (Chinese): Deltamethrin emulsifiable concentrates



BLANK PAGE



ICS 65.100.10
G25



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

溴氰菊酯乳油

Deltamethrin emulsifiable concentrates

（报批稿）

（本稿完成日期：2010.12.30）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用FAO规格333/EC(May 2005)《溴氰菊酯乳油》(Deltamethrin emulsifiable concentrates)。

本标准与FAO规格《溴氰菊酯乳油》(Deltamethrin emulsifiable concentrates)的主要技术差异及原因：

——本标准控制水分质量分数≤1.0%，FAO规格未控制该项指标，乳油水分过高，会影响产品质量，应加以控制；

——FAO控制 pH值范围4.5～7.5，本标准控制 pH值范围4.0～7.0。溴氰菊酯在中性和弱酸性介质中稳定；

——FAO规格控制持久泡沫量≤50 mL(1 min后)，本标准未控制该项指标。国内乳油产品持久泡沫量小，不影响产品使用。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

参加起草单位：拜耳作物科学有限公司、江苏扬农化工股份有限公司。

本标准主要起草人：梅宝贵、邢红、黎娜、包月娥、刘卫荣。

溴氰菊酯乳油

1　范围

本标准规定了溴氰菊酯乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由溴氰菊酯原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制成的溴氰菊酯乳油。

注：溴氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1600　农药水分测定方法

GB/T 1601　农药 pH值的测定方法

GB/T 1603　农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604　商品农药验收规则

GB/T 1605—2001　商品农药采样方法

GB/T 4472-1984　化工产品密度、相对密度测定通则

GB 4838　农药乳油包装

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696-1987，MOD）

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3　要求

3.1　组成和外观

本品应由符合标准的溴氰菊酯原药制成，为稳定的均相液体，无可见的悬浮物或沉淀。

3.2　技术指标

溴氰菊酯乳油还应符合表1要求。

表1　溴氰菊酯乳油控制项目指标

项　　目	指　　　　标	
	25 g/L	50 g/L
溴氰菊酯质量分数[a]/% 或溴氰菊酯质量浓度(20℃)/（g/L）	$2.8^{+0.3}_{-0.3}$ 25^{+3}_{-3}	$5.0^{+0.5}_{-0.5}$ 50^{+5}_{-5}
水分质量分数/%　≤	1.0	
pH值范围	4.0～7.0	
乳液稳定性(稀释200倍)	合格	
低温稳定性[b]	合格	
热贮稳定性[b]	合格	
注：[a]　当质量发生争议时以质量分数测定结果为仲裁。 注：[b]　正常生产时，低温稳定性试验、热贮稳定性试验每3个月至少测定一次。		

4　试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1　一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170-2008中的4.3.3修约值比较法进行。

4.2　抽样

按GB/T 1605-2001中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于200 mL。

4.3　鉴别试验

高效液相色谱法──本鉴别试验可与溴氰菊酯含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中溴氰菊酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

4.4　溴氰菊酯质量分数的测定

4.4.1　方法提要

试样用流动相溶解，以异辛烷＋二氧六环为流动相，使用以 Zorbax RX-Sil为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm)，对试样中的溴氰菊酯进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2　试剂和溶液

异辛烷；
二氧六环；
溴氰菊酯标样：已知溴氰菊酯质量分数，ω≥99.0%。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Zorbax RX-Sil、5 μm 填充物；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：10 μL；

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ(异辛烷:二氧六环)=90:10，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

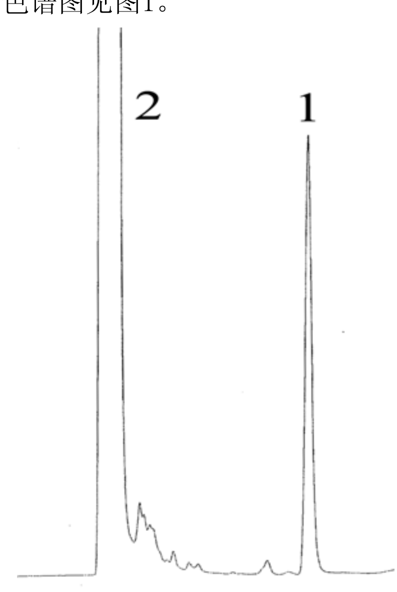
柱温：室温；

检测波长：254 nm；

进样体积：10 μL；

保留时间：溴氰菊酯 约5.4 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的溴氰菊酯乳油正相高效液相色谱图见图1。



1－溴氰菊酯；

2-溶剂。

图1 溴氰菊酯乳油的正相高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取溴氰菊酯标样0.05 g(精确至0.000 2 g)，置于50 mL容量瓶中，加流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含溴氰菊酯0.05 g的试样(精确至0.000 2 g)，置于50 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3　测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针溴氰菊酯峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.6　计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中溴氰菊酯峰面积分别进行平均。试样中溴氰菊酯的质量分数按式(1)计算，溴氰菊酯的质量浓度按式(1’)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \rho \cdot \omega \times 10}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (1')$$

式中：

ω_1 ——试样中溴氰菊酯质量分数，以 % 表示；

A_2——试样溶液中，溴氰菊酯峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

ω ——标样中溴氰菊酯的质量分数，以%表示；

A_1——标样溶液中，溴氰菊酯峰面积的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ρ_1——试样中溴氰菊酯的质量浓度，单位为克每升（g/L）；

ρ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）（按GB/T 4472-1984中“密度计法”进行测定）。

4.4.7　允许差

溴氰菊酯质量分数(质量浓度)两次平行测定结果之相对差应不大于4%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5　水分质量分数的测定

按GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6　pH 值的测定

按GB/T 1601 进行。

4.7　乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按GB/T 1603进行试验，在量筒中无浮油（膏）、沉油和沉淀析出为合格。

4.8　低温稳定性试验

按GB/T 19137中“乳剂和均相液体制剂”进行，离心管底部离析物的体积不超过0.3 mL为合格。

4.9　热贮稳定性试验

按GB/T 19136中“液体制剂”进行。热贮后，溴氰菊酯质量分数应不低于贮前测得溴氰菊酯质量分数的97%，乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.10 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

溴氰菊酯乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838的规定；溴氰菊酯乳油大包装用聚氨酯桶包装，每桶净含量不大于200 kg。溴氰菊酯乳油小包装采用聚氨酯瓶包装，每瓶净含量为100 g(mL)、200 g(mL)、250 g(mL) 、500 g(mL)；外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量应不超过15 kg；根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合 GB 4838的规定。

5.2 贮运

溴氰菊酯乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中；贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.3 安全

溴氰菊酯为中等毒性的拟除虫菊酯类杀虫剂，吸入或接触均有毒，误服可能致命，接触会引起眼痛、皮肤过敏。使用本品时应穿戴防护用品，施药后应用肥皂洗净。本品无特效解毒药，主要是彻底清除毒物和对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，溴氰菊酯乳油的保证期，从生产日期算起为2年。

附 录 A
（资料性附录）
溴氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分溴氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Deltamethrin

CIPAC数字代码：333

化学名称：(S)-α-氰基-3-苯氧基苄基(1R,3R)-3-(2,2-二溴乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:

实验式：$C_{22}H_{19}Br_2NO_3$

相对分子质量：505.2

生物活性：杀虫剂

熔点（℃）： 98～101

蒸汽压(25 ℃)：2.0×10^{-6} Pa

溶解性（g/L，20 ℃）：水 小于2×10^{-6}，丙酮 450,二氯甲烷 700，环己烷 750,二甲基甲酰胺 450,二氧六环 900

稳定性：对光、热较稳定，在中性及微酸性介质中稳定，碱性条件下易分解